

537,194

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2004年6月17日 (17.06.2004)

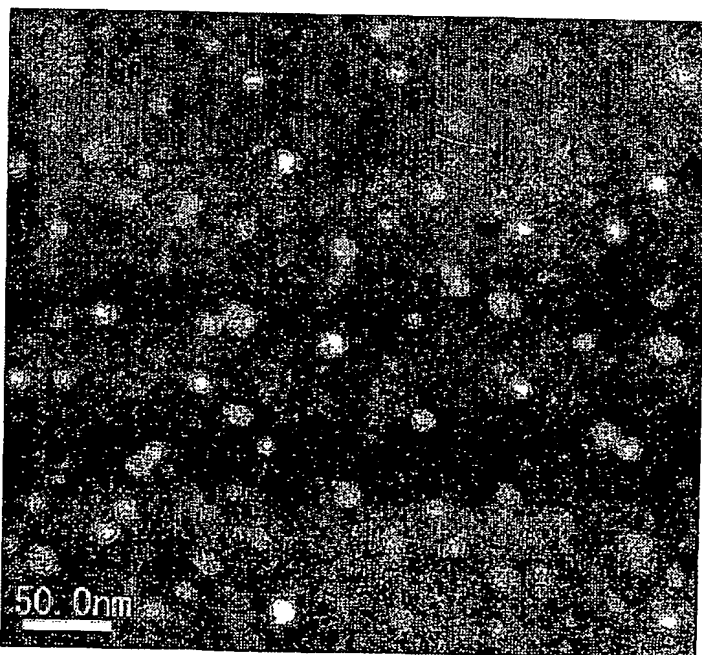
PCT

(10) 国際公開番号
WO 2004/050934 A1

- (51) 国際特許分類: C22C 38/00, 38/16, 38/60, C21D 8/12, H01F 1/16 [JP/JP]; 〒100-0011 東京都千代田区 内幸町二丁目 2番3号 Tokyo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2003/015462
- (22) 国際出願日: 2003年12月3日 (03.12.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2002-353250 2002年12月5日 (05.12.2002) JP
特願2003-095737 2003年3月31日 (31.03.2003) JP
特願2003-095881 2003年3月31日 (31.03.2003) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): JFE スチール株式会社 (JFE STEEL CORPORATION)
- (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 高島 稔 (TAKASHIMA, Minoru) [JP/JP]; 〒100-0011 東京都千代田区 内幸町二丁目 2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 河野 雅昭 (KOHNO, Masaaki) [JP/JP]; 〒100-0011 東京都千代田区 内幸町二丁目 2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 山田 克美 (YAMADA, Katsumi) [JP/JP]; 〒100-0011 東京都千代田区 内幸町二丁目 2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 河野 正樹 (KAWANO, Masaki) [JP/JP]; 〒100-0011 東京都千代田区 内幸町二丁目 2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP). 佐藤 馨 (SATO, Kaoru) [JP/JP]; 〒100-0011 東京都千代田区 内幸町二丁目 2番3号 JFEスチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).
- [続葉有]

(54) Title: NON-ORIENTED MAGNETIC STEEL SHEET AND METHOD FOR PRODUCTION THEREOF

(54) 発明の名称: 無方向性電磁鋼板およびその製造方法



50.0nm

(57) Abstract: A non-oriented magnetic steel sheet which comprises in mass %, as chemical components, 0.02 % or less of C, 4.5 % or less of Si, 5.0 % or less (including O) of Ni and 0.2 to 4.0 % of Cu, wherein Cu is left in the steel as a component of a solid solution by a finishing annealing carried out under suitable specific conditions and is precipitated in the form of fine particles by an aging treatment. The resultant non-oriented magnetic steel sheet is free from the deterioration of magnetic characteristics and exhibits an improved yield stress of a CYS (MPa) represented by the following formula: $CYS = 180 + 5600 [\%C] + 95 [\%Si] + 50 [\%Mn] + 37 [\%Al] + 435 [\%P] + 25 [\%Ni] + 22d^{-1/2}$ wherein d represents an average grain diameter (mm) of crystal grains, or higher.

(57) 要約: 良好な磁気特性と高強度とを両立した無方向性電磁鋼板を製造するに当たり、C: 0.02%以下、Si: 4.5%以下、Ni: 5.0%以下 (Oを含む) およびCu: 0.2%以上4.0%以下を含有する成分組成とし、仕上げ焼鈍に際して適性に固溶Cuを残留させる。得られた鋼板は、時効処理により微細なCuが析出し、磁気特性の劣化なく下記式で示されるCYS (MPa) 以上の降伏応力に強化される。

記

5600 [%C] + 95 [%Si] + 50 [%Mn] + 37 [%Al]

d: 結晶粒の平均粒径 (mm)

+ 435 [%P] + 25 [%Ni] + 22 d^{-1/2}

CYS=180+
ただし、

BEST AVAILABLE COPY

WO 2004/050934 A1



代田区 内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 落合 憲一郎 (OCHIAI, Kenichiro); 〒100-0011
東京都千代田区 内幸町二丁目 2 番 3 号 J F E スチール株式会社 知的財産部内 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): CN, KR, US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR).

規則4.17に規定する申立て:

- すべての指定国のための先の出願に基づく優先権を主張する出願人の資格に関する申立て(規則4.17(iii))
- すべての指定国のための先の出願に基づく優先権を主張する出願人の資格に関する申立て(規則4.17(iii))
- すべての指定国のための先の出願に基づく優先権を主張する出願人の資格に関する申立て(規則4.17(iii))

添付公開書類:

- 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

無方向性電磁鋼板およびその製造方法

技術分野

本発明は、無方向性電磁鋼板、特に高速回転モータのロータを典型例とする、大きな応力がかかる部品に用いて好適な、高強度でかつ低鉄損の特性を有する無方向性電磁鋼板およびその製造方法に関するものである。

なお、本発明によって製造された無方向性電磁鋼板は、時効処理により降伏強度等が上昇し、組み立てられたロータの強度を大にするという特徴を有する一方、時効処理前にあっては降伏強度が低く、打ち抜き加工が容易であるという特徴を有する。

背景技術

近年、モータの駆動システムの発達により、駆動電源の周波数制御が可能となり、可変速運転や商用周波数以上で高速回転を行うモータが増加している。このような高速回転を行うモータでは、高速回転に耐え得る強度を有するロータが必要になる。

すなわち、回転体に作用する遠心力は回転半径に比例し、回転速度の2乗に比例して大きくなる。このため、中・大型の高速モータではロータに作用する応力が600MPaを超える場合もある。従って、こうした高速回転モータでは、ロータの高強度化が必要となる。

また、近年のモータ効率向上の観点から、ロータに永久磁石を埋め込んだ磁石埋設型 (IPM: Interior Permanent Magnet) DC インバータ制御モータも増加している。このモータでは、遠心力によりロータから磁石が飛び出そうとするが、これを抑える際に、ロータに使用される電磁鋼板には大きな力が掛かる。このためにも、モータ、特にロータに使用される電磁鋼板には、高強度が必要とされている。

モータ、発電機などの回転機器は、電磁気現象を利用するため、その素材には磁気特性が要求される。具体的には、低鉄損、高磁束密度であることが望ましい。

通常、ロータ用鉄心はプレス機で打ち抜きした無方向性電磁鋼板を積層して使用する。しかし、高速回転モータにおいてロータ素材が上述の機械強度を満足できない場

合は、代わりに、より高強度の鋳鋼製ロータなどを使用せざるを得ない。しかしながら、鋳物製ロータは一体物であるため、電磁鋼板を積層したロータに比べると、ロータに作用するリップル損がより大きく、モータ効率が低下してしまう要因となっている。ここで、リップル損とは、高周波磁束による渦電流損を意味する。

従って、磁気特性に優れ、かつ高強度の電磁鋼板がロータ用素材として要望されているのである。

金属学的には、高強度化の手段として、固溶強化、析出強化および結晶粒微細化などの方法が知られており、電磁鋼板に適用した例も見られる。例えば、特開昭 60-238421 号公報では、これらの強化方法の得失を比較検討した結果、磁気特性への悪影響が最も少ない方法として固溶強化を利用することを提案している。そして、Si 含有量を 3.5~7.0% (質量%、以下同様) に高めたうえに固溶強化能の大きい元素を添加する方法を開示している。

また、特開昭 62-256917 号公報には、Si 含有量を 2.0~3.5% とし、Ni あるいは Ni と Mn の両方の含有量を高め、650~850℃ という低温焼鈍により製造することで再結晶粒径を制御する方法が開示されている。さらに、析出強化を利用する方法としては、特開平 6-330255 号公報に、Si 含有量を 2.0~4.0% とし、Nb, Zr, Ti, V の微細な炭化物、窒化物を析出させる方法が開示されている。

これらの方法により、ある程度の高強度を有する電磁鋼板が得られる。しかしながら、特開昭 60-238421 号公報に記載されるような Si や固溶強化元素の添加量が多い鋼では、冷間圧延性が著しく低下し、安定的な工業生産が困難となる不利がある。さらに、この技術により得られる鋼板は磁束密度 B_{50} が 1.56~1.60 T と大幅に低下してしまうという問題もあった。

特開昭 62-256917 号公報における方法では、機械強度を高めるため低温焼鈍による再結晶粒成長の抑制が必要となるため、例えば比較的周波数の低い、商用周波数 (約 50Hz 前後) から数 100Hz の周波数域での鉄損が低下するという問題があった。

そのため、特開昭 62-256917 号公報に記載の方法で得られる電磁鋼板はこれらの周波数域での鉄損が重要となるステータ部材には使用することが出来ない。したがって、この方法では電磁鋼板の歩留まりの大幅な低下が余儀なくされていた。すなわち、ス

テータおよびロータ部材を打ち抜く際、通常は同じ1枚の鋼板から、まず円環状のステータ部材を打ち抜く一方で、その中空部からロータ部材を打ち抜くことにより無駄を少なくしている。しかし、特開昭 62-256917 号公報の方法では両者を別々の鋼板から打ち抜く必要があり、歩留まりが低下してしまうのである。

一方、特開平 6-330255 号公報に記載の方法では、炭、窒化物自体が磁壁移動の障壁となるため、また炭、窒化物が電磁鋼板の結晶粒成長を妨げるため、鉄損の劣化が未だ大きいという問題がある。

なお、いずれの手段を用いるにせよ、これらの手段によって製造される電磁鋼板は硬度が高く、そのため打ち抜き性が悪い。すなわち、積層材を打ち抜くときの金型の磨耗が激しく、また、早期に大きなかえりが発生するようになる。

なお、本発明は後述するように Cu を所定量含有せしめることが鋼板組成上の一つの特徴である。そこで上記課題とは別に、無方向電磁鋼板における Cu の利用の現状について述べておく。

電磁鋼板に Cu を添加した例としては、特開昭 62-89816 号公報に、C を 0.1~1.0% 添加せしめ、グラファイトを析出させて打ち抜き性を改善する技術が開示されている。なお、再結晶焼鈍（仕上げ焼鈍）方法としては箱焼鈍を奨励している。ここで、Cu はグラファイトの析出を促進する元素として 1.0% 以下の添加が奨励されているが、コスト上は不利となることを示唆している。

しかし、C を 0.1% 以上含有する上記電磁鋼板組成は例外的なものであり、一般的な組成の電磁鋼板においては、Cu の含有は磁気特性等の観点から奨励されない。例えば、特開平 9-67654 号公報には Si : 1% 超~3.5% 等を含有する無方向性電磁鋼板が開示されているが、CuS 等の析出が磁気特性に悪影響を及ぼすため、Cu 含有量は 0.05% 以下に規制されている。

また、これより多量の Cu の含有を許容する技術として、特開平 8-295936 号公報には、スクラップを含む原料から無方向性電磁鋼板を製造する方法が開示されている。当該方法では、スクラップから混入する合金元素 (Cu: 0.015~0.2%、Ni: 0.01~0.5%、Cr: 0.02~0.2%、Sn: 0.003~0.2% 等) の磁気特性への悪影響を低減するために、V、Nb の含有量を限定し、かつ熱延板焼鈍後の結晶粒径を 50 μm 以上とするなどの対策を

提案している。しかし、この技術も Cu 等の上記元素は本来不利な元素であり、あくまでその悪影響を抑制することが技術の主眼である。また開示されている Cu 等の含有量も少量である。

さらに、非 Si 含有鋼では特開昭 49-83613 号公報に、Cu : 1 ~ 5 %、Ni : 1 ~ 5 % を含有し、残部鉄からなる電動機用高強度鋼が開示されており、当該成分の鋼に溶体化処理—焼入れ工程と冷間圧延を繰り返した後、時効処理を施すことにより、高強度かつ低鉄損の鋼が得られるとしている。しかし時効処理による鉄損の劣化は満足できるほど抑制されてはいなかった。

発明の開示

〔発明が解決しようとする課題〕

以上のように、従来の方法は、安定的に工業生産可能な電磁鋼板において、高強度と低鉄損とを両立するという観点からは、いずれも満足できるものでは無かった。

また、従来の方法は、高い打ち抜き性と良好な鉄損を維持しながら、ロータの強度を十分高めるという課題も解決していない。特に、打ち抜き性は、降伏強度が高くなるほど劣化するため、良好な打ち抜き性と高い降伏強度を両立させることは不可能と考えられていた。

本発明は、良好な磁気特性と高強度とを両立した無方向性電磁鋼板、およびこの鋼板を工業的に安定して生産することを可能とする製造方法について提案することを目的とする。

本発明は、また、高い打ち抜き性と良好な鉄損を維持しながら、ロータの強度を十分高めるという課題を解決することができる無方向性電磁鋼板およびその製造方法を提案するものである。

〔課題を解決するための手段〕

発明者らは、上記課題を解決するために、Cu を含んだ鋼の時効硬化現象に着目して種々の検討を行い、その結果、良好な鉄損と高強度とを両立するための手段を確立するに至った。

すなわち、鋼中の析出物は高強度化に寄与する一方、磁壁移動を抑制して鉄損（履歴損）を劣化させるということが、例えば特開昭 60-238421 号公報等に記載されてい

るように、従来の知見であった。しかも、発明者らが新たに知見したところでは、Si 添加鋼ではとくに Cu 析出物が粗大化しやすく、鉄損の劣化を回避することが困難であった。

しかし発明者らは、従来の知見や上記の新しい知見に反して、鋼中に Cu を適量添加して時効処理を行うことにより、その平均粒子径が 1 nm 以上でかつ 20 nm 以下の極微細な Cu 粒子を結晶粒内に均一に析出させることが可能であること、そして、こうして得られた極微細析出物は、高強度化に非常に有効でとともに、鉄損（履歴損）はほとんど劣化させないことを、新規に見出した。

さらに、この Cu 析出に関し、Cu と Ni を複合添加すると、鋼板の製造における熱処理工程で生じる析出が大幅に低減する結果、広範な焼鈍条件によっても安定的に高強度かつ低鉄損が得られることを新規に知見し、本発明を完成するに到った。

また、発明者らはさらに、打ち抜き工程前においては時効処理を施す前の降伏強度の低い電磁鋼板を用い、打ち抜き後直ちに、あるいはロータ等に組み立て後に時効硬化処理を施して積層材の強度を高めることにより、良好な打ち抜き性を持ちながら組み立て後のロータには高い強度を付与することに成功した。

本発明の要旨構成は、以下の通りである。

(1) 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3%以下、

Al : 3%以下、

P : 0.5%以下 (0%を含む)、

Ni : 5%以下 (0%を含む) および

Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有し、降伏応力が下記式 1 で示される CYS (MPa) 以上である磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板。

$$\begin{aligned} \text{CYS} = & 180 + 5600 [\% \text{C}] + 95 [\% \text{Si}] + 50 [\% \text{Mn}] + 37 [\% \text{Al}] \\ & + 435 [\% \text{P}] + 25 [\% \text{Ni}] + 22 d^{-1/2} \end{aligned} \quad \dots\dots\dots (式 1)$$

ただし、 d : 結晶粒の平均粒径 (mm)

(2) 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3%以下、

Al : 3%以下、

P : 0.5%以下 (0%を含む)、

Ni : 5%以下 (0%を含む) および

Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有し、結晶粒内の Cu 析出物が体積率で 0.2%以上、2%以下存在し、

かつ、該 Cu 析出物の平均粒子サイズが 1 nm 以上、20 nm 以下である磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板

なお、Cu 析出物の平均粒子サイズは、球相当直径で算出されたものを指す。以下でも同様である。

(3) 上記 (1) に記載の鋼板であって、結晶粒内の Cu 析出物が体積率で 0.2%以上、2%以下存在し、かつ、該 Cu 析出物の平均粒子サイズが 1 nm 以上、20 nm 以下である磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板

(4) 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3%以下、

Al : 3%以下、

P : 0.5%以下 (0%を含む)、

Ni : 5%以下 (0%を含む) および

Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有する無方向性電磁鋼板であって、該鋼板に 500℃にて 10 時間の時効処理を施した後の該鋼板の降伏応力が、下記式 1 で示される CYS (MPa) 以上である、打ち抜き性及び磁気特性（鉄損）の優れた時効硬化性無方向性電磁鋼板。

記

$$\begin{aligned} \text{CYS} = & 180 + 5600 [\% \text{C}] + 95 [\% \text{Si}] + 50 [\% \text{Mn}] + 37 [\% \text{Al}] \\ & + 435 [\% \text{P}] + 25 [\% \text{Ni}] + 22 d^{-1/2} \end{aligned} \quad \text{..... (式 1)}$$

ただし、d : 結晶粒の平均粒径 (mm)

(5) 上記 (1) から (4) のいずれかにおいて、成分組成として、さらに Zr、V、Sb、Sn、Ge、B、Ca、希土類元素および Co から選んだ 1 種または 2 種以上を、

Zr および V についてはそれぞれ 0.1～3 %、

Sb、Sn および Ge についてはそれぞれ 0.002～0.5 %、

B、Ca および希土類元素についてはそれぞれ 0.001～0.01 %、そして

Co については 0.2～5 %

にて含有する無方向性電磁鋼板 ((1) ～ (3) においては磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板、(4) においては打ち抜き性及び磁気特性の優れた時効硬化性無方向性電磁鋼板)。

なお、上記 (1) から (5) の各発明において、CYS の要件に代わり、引張強さが下記式 2 で示される CTS (MPa) 以上であるとの要件を満たす無方向性鋼板であってもよい。

記

$$\begin{aligned} \text{CTS} = & 5600 [\% \text{C}] + 87 [\% \text{Si}] + 15 [\% \text{Mn}] + 70 [\% \text{Al}] + 430 [\% \text{P}] \\ & + 37 [\% \text{Ni}] + 22 d^{-1/2} + 230 \end{aligned} \quad \text{..... (式 2)}$$

ただし、d : 結晶粒の平均粒径 (mm)

なお、以上に述べた各発明において鋼板の組成は残部が Fe および不可避免的不純物であることが好ましい。

また、以上に述べた各発明および好適な実施形態において、Ni は 0.5 % 以上含有せしめることが好ましく、とくに CTS を要件とする場合には極めて好ましい。

(6) 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3%以下、

Al : 3%以下、

P : 0.5%以下 (0%を含む)、

Ni : 0.5%未満 (0%を含む) および

Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、

冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いで Cu 固溶温度+10℃以上に加熱した後、冷却に際して Cu 固溶温度から 400℃までの温度域での冷却速度を 10℃/s 以上とする仕上げ焼鈍を施し、

その後 400℃以上 650℃以下の温度にて時効処理を施す磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板の製造方法。

(7) 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3%以下、

Al : 3%以下、

P : 0.5%以下 (0%を含む)、

Ni : 0.5%以上、5%以下および

Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、

冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いで Cu 固溶温度+10℃以上に加熱した後、冷却に際して Cu 固溶温度から 400℃までの温度域での冷却速度を 1℃/s 以上とする仕上げ焼鈍を施し、

その後 400℃以上 650℃以下の温度にて時効処理を施す磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板の製造方法。

(8) 上記(6)または(7)に記載の方法において、「Cu 固溶温度」に代えて、下記式2で示される T_s (°C) を用いる、高強度無方向性電磁鋼板の製造方法。

記

$$T_s \text{ (°C)} = 3351 / (3.279 - \log_{10} [\%Cu]) - 273 \quad \dots\dots\dots \text{(式2)}$$

(9) 上記(6)～(8)のいずれかの方法において、

鋼スラブが、さらに Zr、V、Sb、Sn、Ge、B、Ca、希土類元素および Co から選んだ1種または2種以上を、

Zr および V についてはそれぞれ 0.1～3 %、

Sb、Sn および Ge についてはそれぞれ 0.002～0.5%、

B、Ca および希土類元素についてはそれぞれ 0.001～0.01%、そして

Co については 0.2～5 %

にて含有する磁気特性の優れた高強度無方向性電磁鋼板の製造方法。

なお、上記(6)～(9)の発明の構成は下記のように言い換えることも出来る。

すなわち、上記鋼スラブ組成において Ni が 5 % 以下 (0 すなわち無添加を含む) の場合、仕上げ焼鈍における Cu 固溶温度または T_s から 400°C までの温度域での冷却速度を 10°C/s 以上とすることにより本発明の目的を達成できる。さらに、Ni が 0.5% 以上 5 % 以下添加されている場合はとくに、前記冷却速度を 10°C/s 以上に限定しなくても、1°C/s 以上を満足すれば本発明の目的を達成できる。無論、前記冷却速度を 10°C/s 以上とする場合でも、Ni を 0.5% 以上含有せしめることは有効である。

(10) 質量%で、

C : 0.02% 以下 (0 % を含む)、

Si : 4.5% 以下、

Mn : 3 % 以下、

Al : 3 % 以下、

P : 0.5% 以下 (0 % を含む)、

Ni : 0.5% 未満 (0 % を含む) および

Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、
冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いで Cu 固溶温度+10℃以上に加熱した後、冷却に際して Cu 固溶温度から 400℃までの温度域での冷却速度を 10℃/s 以上とする仕上げ焼鈍を施す、打ち抜き性及び磁気特性の優れた時効硬化性無方向性電磁鋼板の製造方法。

(11) 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3%以下、

Al : 3%以下、

P : 0.5%以下 (0%を含む)、

Ni : 0.5%以上5%以下および

Cu : 0.2%以上4%以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、
冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いで Cu 固溶温度+10℃以上に加熱した後、冷却に際して Cu 固溶温度から 400℃までの温度域での冷却速度を 1℃/s 以上とする仕上げ焼鈍を施す、打ち抜き性及び磁気特性の優れた時効硬化性無方向性電磁鋼板の製造方法。

(12) 上記 (10) または (11) に記載の方法において、「Cu 固溶温度」に代えて、下記式 2 で示される T_s (℃) を用いる、高強度無方向性電磁鋼板の製造方法。

記

$$T_s (\text{℃}) = 3351 / (3.279 - \log_{10} [\% \text{Cu}]) - 273 \quad \dots\dots\dots (式 2)$$

(13) 上記 (11) ~ (12) のいずれかの方法において、

鋼スラブが、さらに Zr、V、Sb、Sn、Ge、B、Ca、希土類元素および Co から選んだ 1 種または 2 種以上を、

Zr および V についてはそれぞれ 0.1～3 %、

Sb、Sn および Ge についてはそれぞれ 0.002～0.5 %、

B、Ca および希土類元素についてはそれぞれ 0.001～0.01 %、そして

Co については 0.2～5 %

にて含有する、打ち抜き性及び磁気特性の優れた時効硬化性無方向性電磁鋼板の製造方法。

上記 (10)～(13) の発明は、前述の (6)～(9) の発明において、時効硬化処理を製品鋼板の製造工程に含めず、例えば需要家における積層磁心等の製造工程において行なえばよいとする思想に基づくものである。ただし、このような利用形態に限定するものではない。

前述の (4) の発明も、同様の思想に基づくものである。

図面の簡単な説明

図 1 は、1.8 %Si-1.0Cu 鋼に仕上げ焼鈍後、500℃にて 8 時間の時効処理を施した場合の Cu 析出物粒子を、走査透過型電子顕微鏡 (STEM) の暗視野像にて観察したものである。

図 2 は、時効処理後の鉄損に及ぼす仕上げ焼鈍冷却速度の影響を示す図である。

図 3 は、時効処理後の引張強さに及ぼす仕上げ焼鈍冷却速度の影響を示す図である。

発明を実施するための最良の形態

次に、本発明について、その構成要件毎に詳述する。

〔鋼板の成分組成〕

まず、成分組成範囲およびその限定理由を説明する。なお、本明細書において鋼組成を表す % は、特にことわらない限り質量 % を意味するものである。

C : 0.02 % 以下

C 量が 0.02 % を超えると磁気時効により鉄損が著しく劣化するため、0.02 % 以下に制限する。好適には 0.01 % 以下、あるいは 0.005 % 以下、さらに好適には 0.003 % 以下とすることで、磁気時効による鉄損劣化をほぼ 0 にすることができる。

なお、Cは無添加すなわち0%でも良いが、通常は0.0005%以上含有される。

Si : 4.5%以下

Si は、脱酸剤として有用であることに加え、電気抵抗の増加により電磁鋼板の鉄損を低減する効果大きい。さらに、固溶強化により強度向上に寄与する。脱酸剤としては、0.05%以上で効果が顕著となる。鉄損低減や固溶強化のためには0.5%以上、さらに好適には1.2%以上で含有させる。しかし、4.5%を超えると、鋼板の圧延性の劣化が激しくなるため、その含有量は4.5%以下に制限する。さらに好適には、4.2%以下とする。

Mn : 3%以下

Mn は、固溶強化による強度向上に有効な元素であることに加え、熱間脆性の改善に有効な元素であり、好ましくは0.05%以上で含有させる。しかし、過剰な添加は鉄損の劣化をもたらすため、その含有量を3%以下に制限する。なお、3.0%以下としてもよい。より好ましいMn量は2.0%以下である。さらに好適には、0.1~1.5%、さらに好適には1.0%以下である。

Al : 3%以下

Al は、脱酸剤として有効であり、鉄損の改善にも有用であるが、好ましくは0.5ppm以上、より好ましくは0.1%以上で含有させる。しかし、過剰な添加は圧延性の低下や打ち抜き性の低下をもたらすので、その添加量を3%以下とすることが好ましい。なお、3.0%以下としてもよい。

ただし4.0%以下であれば圧延性の低下は顕著ではないので、例えば時効硬化処理を施す前に打ち抜き加工をするような用途では、4.0%を上限としても良い。

なお、さらに好適には、2.5%以下とする

P : 0.5%以下

P は、比較的少量の添加でも大幅な固溶強化能が得られるため高強度化に極めて有効であり、好ましくは0.01%以上で含有させる。一方、過剰な含有は偏析による脆化を引き起し、粒界割れや圧延性の低下をもたらすため、その含有量は0.5%以下に制

限する。なお、0.50%以下としてもよい。より好適には0.2%以下である。

一方、Pを積極的に低減することにより、熱間および冷間での圧延性を向上させることが出来る。その点からは、P含有量は0.01%未満でも良い。この場合、Pは可能であれば無添加すなわち0%でも良いが、一般にPは鉄鉱石や溶銑中に不可避免的な不純物として含まれるため、製造工程での脱リン処理で低減する。Pの低減量は、脱リン処理条件、処理コスト等に応じて決めればよいが、一般的なP含有量の下限値は、0.005%程度である。

Cu : 0.2%以上4%以下

Cuは、時効処理によって微細な析出物を形成することにより、ほとんど鉄損（履歴損）の劣化を伴わずに、大幅な強度上昇をもたらす。その効果を得るには、0.2%以上が必要である。すなわち、0.2%未満の場合は、本発明の他の構成要件（組成・製造条件等）を全て満たしたとしても、充分な析出量を得ることが出来ない。一方、4%を超えると粗大な析出物が形成されるため、鉄損の劣化が大きくなるとともに、強度上昇代も低下する。従って、Cuの含有量は0.2%以上かつ4%以下とする。なお、上限値は4.0%以下としてもよい。

なお、好適な下限値は0.3%であり、より好適な下限値は0.5%、0.7%、あるいは0.8%である。とくに0.5%以上添加した場合、強化が安定して得られる。

また、好適な上限値は3.0%以下であり、さらに好適には2.0%以下である。

Ni : 5%以下

Niは必須元素ではなく、下限値は無添加すなわち0%でもよい。また、不可避免的な不純物として少量含有されていても問題はない。

しかし、Niは、固溶強化による高強度化に有効な元素であり、また磁気特性改善元素でもあるので、好ましくは0.1%以上で含有させる。

また、Niは本願のようなCu含有鋼に添加するとCuの固溶析出状態に影響し、時効により極めて微細なCu析出物を安定的に析出させる効果を有する。すなわち、Si含有鋼、とくに高Si含有鋼においてはCu析出物の成長が促進されやすく、これが時効硬化の不足や磁気特性の劣化が起こりやすい原因であると考えられるが、Niが存在するとCu析出物の粗大化が抑制され、時効析出強化能を高める効果を得やすくなる。そ

の結果、Cu 時効析出による高強度化効果を大幅に高めたり、必要な工程条件を緩和したりすることが可能となる。この効果を得るためには、0.5%以上の添加が極めて好ましい。

さらに、Ni はヘゲと呼ばれる熱延板表面欠陥を減少し鋼板歩留まりを改善する効果も有する。この効果は 0.1%以上の添加で生じるが、やはり 0.5%以上の添加が好ましい。

しかし、5%を超えると、以上の諸効果は飽和しコスト高をまねくだけになるため、その上限を 5%とする。なお、上限値は 5.0%としてもよい。より好適な上限値は 3.5%であり、さらに好適には 3.0%である。

また、上記の諸効果を得るためにさらに好適な下限値は、1.0%である。

本発明に係わる無方向性電磁鋼板の基本組成は以上の通りであるが、上記成分に加えて、磁気特性の改善元素として知られる Zr, V, Sb, Sn, Ge, B, Ca, 希土類元素および Co を単独または複合で添加することが出来る。しかし、その添加量は本発明の目的を害さない程度にすべきである。具体的には、

Zr, V については 0.1~3%, または 0.1~3.0%, 好ましくは 0.1~2.0%

Sb, Sn, Ge については

0.002~0.5%、好ましくは 0.005~0.5%、さらに好ましくは 0.01~0.5%

B, Ca, および希土類元素については 0.001~0.01%、

Co については 0.2~5%、または 0.2~5.0%、好ましくは 0.2~3.0%

である。

なお、Co は若干強化能が高いので、例えば時効硬化処理を施す前に打ち抜き加工をするような用途では、上記グループから Co を抜いた、Zr, V, Sb, Sn, Ge, B, Ca, および希土類元素から選ばれる 1 種または 2 種以上とすることが好ましい。Ni も磁気特性改善元素に属するのでこのグループに加えても良いが、とくに他に顕著な効果を有するので、別記した。

上記元素の他は、Fe (鉄) および不可避免の不純物とすることが好ましい。不可避免の不純物としての S および N は、鉄損の観点からそれぞれ約 0.01%以下とすることが望

ましい。

とくにSは残留量が多いと CuS 析出物を形成し、仕上げ焼鈍における粒成長を抑制し、鉄損を劣化させる。したがって S 量は多くても約 0.02%以下とすることが望ましい。

この他の不可避的不純物としては、Oがあり、約 0.02%以下、好ましくは 0.01%以下とすることが望ましい。

また、広い意味の不可避的不純物として、製造上の都合で混入される可能性のある、Nb、Ti、Cr については、それぞれ、約 0.005%以下、約 0.005%以下、約 0.5%以下とすることが好ましい。

〔鋼板および Cu 析出物〕

本発明の対象とするのは、時効硬化処理が未処理であっても処理済であっても、基本的には無方向性電磁鋼板である。無方向性電磁鋼板は一般にフェライト単相鋼であるが、種々の組成や組織を有し、とくにこれらの限定は無い。本発明でも発明の範囲内で自由に組成・組織の設計が可能であるが、鉄損値は低い方が好ましく、 $W_{15/50}$ で約 6 W/kg 以下とすることが好ましい。

また、以下で述べる Cu 析出物は、主に、ほぼ Cu 単体よりなるが、析出物が極微細になると、Cu に Fe の固溶体が含まれる場合がある。このような場合も含めて Cu 析出物という。

なお、製造条件によっては粒界上に粗大な Cu 析出物が認められることがあるが、析出量および平均粒子サイズに関しては、実質的に強化に寄与する、粒内析出物のみを対象とした。

〔時効硬化処理前の鋼板の組織、特性値〕

本発明に係る時効硬化処理前の無方向性電磁鋼板では、鋼板中の Cu が鋼中に充分な量、固溶状態で存在していることが重要である。時効処理前に既に微細な Cu 析出物が多量に存在していると、その硬度が高くなって打ち抜き性が劣化するばかりでなく、打ち抜き後の時効処理による降伏強度の上昇が小さくなる。一方、時効処理前の結晶組織中に粗大な Cu 析出物が存在していると、その鉄損が劣化するばかりか、Cu の時

効処理中の析出は、すでに析出している粗大な Cu 析出物の上に重なるようにして起こり、Cu 析出物が更に粗大化して鉄損が著しく劣化する原因となる。

Cu 量を 0.20~4.0%、好ましくは 0.5~2.0%とした鋼では、500℃×10h の時効焼鈍により、鋼中に平均粒子サイズが 5 nm 程度の微細な Cu 析出物を析出させることができる。より具体的には、平均粒子サイズが球相当直径で 1 nm 以上かつ 20 nm 以下の Cu 析出物を、鋼板全体に対する体積率で 0.2% 以上かつ 2% 以下析出させることができる。詳細は、時効後の鋼板の記述において説明する。

なお、時効前の固溶 Cu については、好ましい固溶量は 0.2% 以上、より好ましくは 0.4% 以上、0.5% 以上、あるいは 0.8% 以上である。なお、Cu 固溶量の上限は、当然ながら鋼中の Cu 含有量であり、最大 Cu 固溶量は、最大 Cu 含有量に等しい。

上記の微細 Cu の析出の結果、少なくとも 100MPa、良好な条件では 150MPa 程度の降伏応力の上昇を得ることができる。特に Cu 量が最適である 0.5% 以上、2.0% 以下、あるいは、好ましくは Cu 量が 0.7% 以上(より確実には 0.8% 以上)、2.0% 以下であるときには、降伏応力の上昇は 150MPa から 250MPa とすることができる。

このような強度上昇の結果、時効後の降伏応力 Y S (MPa) は、下記式 1 で表される CYS 以上となることが好ましい。

$$\begin{aligned} \text{CYS} = & 180 + 5600 [\%C] + 95 [\%Si] + 50 [\%Mn] + 37 [\%Al] \\ & + 435 [\%P] + 25 [\%Ni] + 22 d^{-1/2} \end{aligned} \quad \text{..... (式 1)}$$

ここで、各元素の項の係数は、各元素 1% あたりの固溶強化量を表し、d は製品の平均結晶粒径 (直径: mm) である。d の測定方法は下記によった。圧延方向に沿った板厚断面 (いわゆる圧延方向断面) をナイトール腐食液などでエッチングした試料を、光学顕微鏡により観察し、観察視野面積と視野内の結晶粒数より結晶粒の平均面積を算出した。そして、当該面積に対応する円相当径を d とした。

なお、平均結晶粒径 d が小さいほど高強度化されるが、鉄損が劣化する。そのため、求められる強度、鉄損特性に応じて結晶粒径 d を調整する。適正な結晶粒径は求められる鉄損レベルにもよるが、一般に約 20~約 200 μm である。

このような、強化により、例えばロータ部材となった積層板の降伏応力を 450MPa 以上とすることができる。上記機構による降伏強度の上昇は大きな鉄損値の劣化 (鉄損

値の増大)を伴わない。例えば鉄損の劣化量は $W_{15/50}$ で1.5W/kg以下、Cu量が少なめ、例えば3%以下の場合には1.0W/kg以下に留まる。

また、本発明に係る時効効果処理前の無方向性電磁鋼板は、時効硬化処理の結果、引張強さ $T S$ (MPa)が下記式3で表されるCTS以上となることが望ましい。ただしこの要件は、上記のように成分範囲およびCuの固溶・析出状況を制御し、時効後のCu析出を適正化することにより、ほぼ達成できる。

$$\begin{aligned} \text{CTS} = & 5600 [\%C] + 87 [\%Si] + 15 [\%Mn] + 70 [\%Al] + 430 [\%P] \\ & + 37 [\%Ni] + 22 d^{-1/2} + 230 \dots\dots\dots \text{(式3)} \end{aligned}$$

各項の趣旨は、寄与の対象が引張強さである他は、式1と同様である。

[時効硬化処理後の鋼板の組織、特性値]

本発明に係わる、時効硬化処理後の高強度無方向性電磁鋼板では、鋼板中のCuが鋼中に微細に析出していることが重要である。Cuが固溶状態(未析出状態)で存在しても、高強度化されない。一方、所定の寸法範囲内に微細化されていないCu析出物は、鉄損を劣化させるばかりでなく、高強度化への寄与も小さい。したがって、鉄損を劣化させずに、高強度化に寄与する所定の寸法範囲内に微細化されたCu微細析出物としてCuを存在させることが重要である。

好ましいCu析出状態は、既に述べたように、平均粒子サイズが球相当直径で1nm以上20nm以下のCu析出物が、鋼板全体に対する体積率で0.2%以上2%以下、結晶粒内に析出していることである。なお、好ましくはCu析出物の粒子サイズが約20nm以下である。

一般にCu析出物の体積率が大きくかつ平均粒子サイズが小さければ、平均粒子間距離が小さくなる。このため、時効による強度上昇は大きくなる。しかしながら、体積率が大きくても、平均粒子サイズも大きい場合は大きな強度上昇は期待できず、そればかりか、粗大な析出粒子による磁壁移動抑制が懸念されるようになる。十分な強化が安定して実現できる体積率の好ましい範囲は約0.2%以上、約2%以下である。また、その平均粒子サイズが球相当直径で約1nm以上でかつ、約20nm以下であることが望ましい。

発明者らの調査においては、Cu析出物の平均粒子サイズ（球相当直径）および体積率は、下記の測定および統計処理により算定した。ただし、理論的に同じ結果が得られる限り、この方法に限定するものではない。

試料厚みをあらかじめ求めた、約 $400 \times 400 \text{ (nm)}^2$ の領域の走査透過型電子顕微鏡像（暗視野像）を数視野撮影し、画像処理によって Cu 析出物粒子を認識させると共に、各粒子の外観形状より円相当直径を算出し、これを各粒子の球相当直径と仮定して、各粒子の体積を算出した。

なお、観察された粒子が Cu 析出物であるかどうかの識別は、走査透過型電子顕微鏡に付属のエネルギー分散型 X 線分光装置（EDX）による分析で行った。具体的には、太さが 1 nm 以下の電子線を析出層に照射し、得られた EDX スペクトルにおいて周囲の母相よりも明らかに Cu が濃化していることを確認した。

画像認識された各粒子について、球状形態を仮定して体積を積算し、粒子体積の総和を求めた。そして、粒子体積の総和を粒子数で除して平均体積を求め、該平均体積より球相当直径を逆算して、上記の平均粒子サイズとした。なお、各視野内の Cu 析出物粒子は全て測定し、最低でも 10 個以上の粒子を測定するよう視野数を選定した。

なお、平均粒子サイズについては、上記の観察で得られた各粒子の円相当直径をそのまま算術平均して、平均粒子サイズとする、いわゆる円相当直径による評価方法もある。本発明においては、球相当直径を粒子サイズとするが、円相当直径でも数値としては近い値となるので、暫定的な評価として用いることができる。

なお、観察領域が薄すぎると析出粒子が脱落する頻度が高まり、厚すぎると走査透過型電子顕微鏡像中の析出粒子認識が困難になるため、観察領域の厚みは $30 \text{ nm} \sim 60 \text{ nm}$ の範囲に限定して行った。また、一般に、Cu 含有鋼から作成された走査透過型電子顕微鏡試料は、表面に Cu 粒子が電着して、その影響により、析出量が過大に評価される傾向にある。これを防止するため、観察に際してはアルゴンイオンによって表面清浄化処理を施した試料を用いた。図 1 に $1.8\% \text{ Si}$ および $1.0\% \text{ Cu}$ を含有する本発明の時効後の鋼板の、走査透過型電子顕微鏡暗視野像の例を示す。白く光っている粒子が時効により析出した Cu である。

なお、前述のように、析出量および平均粒子サイズの測定は、粒内析出物のみを対象とした。

また、Cu析出物は微細であるほど高強度化に寄与するが、鋼中におけるCu析出物の粒子サイズが約1nm未満では強度の上昇効果が飽和する上、走査透過型電子顕微鏡での測定が困難となり、かような微小範囲に製品組織を管理する際に支障をきたす場合もある。このため、とくに工業生産の観点からは、平均の粒子サイズは約1nm以上の範囲に制御することが好ましい。

一方、平均粒子サイズが約20nmを超えると、高強度化への寄与が減少する上、鉄損の劣化が大きくなる傾向にあるため、平均粒子サイズを約20nm以下に限定することが好ましい。

また、時効硬化後の本発明鋼板の降伏応力YS (MPa)は、前述のように下記式1で表されるCYS以上であることが好ましい。

$$\begin{aligned} \text{CYS} = & 180 + 5600 [\%C] + 95 [\%Si] + 50 [\%Mn] + 37 [\%Al] \\ & + 435 [\%P] + 25 [\%Ni] + 22 d^{-1/2} \quad \dots\dots\dots \text{(式1)} \end{aligned}$$

また、時効硬化後の本発明鋼板の引張強さTS (MPa)は、前述のように下記式3で表されるCYS以上であることが好ましい。

$$\begin{aligned} \text{CTS} = & 5600 [\%C] + 87 [\%Si] + 15 [\%Mn] + 70 [\%Al] + 430 [\%P] \\ & + 37 [\%Ni] + 22 d^{-1/2} + 230 \quad \dots\dots\dots \text{(式3)} \end{aligned}$$

〔製造方法〕

本発明に係わる鉄損に優れた高強度無方向性電磁鋼板を製造するためには、まず、転炉あるいは電気炉などにて、前記した所定成分に溶製された鋼を、連続 casting あるいは造塊後の分塊圧延により鋼スラブとする。鋼スラブの組成は目的とする製品板の組成と同一でよい。

次いで、得られたスラブを熱間圧延し、必要に応じて熱延板焼鈍を施す。

得られた熱延鋼板（または熱延焼鈍板）に、一回の冷間圧延、あるいは中間焼鈍を挟む二回以上の冷間圧延を施して製品板厚とする。ここで、冷間圧延に代わり、その少なくとも一部を温間圧延としてもよい。なお、ここまでの加工工程は一例であり、要は適切な casting および加工工程を経て、前記成分を有し、所定の製品板厚を有する鋼板とすればよい。例えば、通常の熱延板程度の厚みに casting し、必要に応じて熱処理を

施し、その後冷間圧延あるいは温間圧延を施しても良い。

本発明では、素材の Si 量が高めることなく後工程で高強度化するので、温間圧延によらずに冷間圧延により製造することが可能である。なお、温間圧延には集合組織を改善し鉄損および磁束密度を向上させる効果を有するため、温間圧延を採用することもできる。

なお、少なくとも最終冷間圧延（あるいは温間圧延前、以下同様）前に、粗大 Cu 析出物が残留するのを防止する措置をとることが、安定した時効特性を得るために好ましい。最終冷間圧延前に粗大 Cu 析出物が多数残留していると、その後仕上げ焼鈍工程において、粗大 Cu 析出物を確実に再固溶させるため処理時間が長時間化する。

冷延前に粗大 Cu 析出物が残留することを防ぐ処理としては、例えば、熱延における巻取り温度を約 600℃以下、望ましくは約 550℃以下とする方法がある。

他の方法としては、熱延後、最終冷延までの間に所定の条件で、熱延板焼鈍・中間焼鈍などの焼鈍を加える方法がある。この焼鈍においては、Cu 固溶温度+約 10℃以上に加熱して粗大 Cu 析出物を固溶せしめた後、Cu 固溶温度から 400℃までの間を冷却速度約 5℃/s 以上で冷却する。

ここで、Cu 固溶温度としては、鋼中の Cu が実質的に充分固溶する温度を熱力学的データに基づいて算出しても、あるいは実験により鋼中の Cu が実質上に固溶するかどうかなを確認して求めてもよい。

一例として、“Das Kupfer-Eisen Zustandsdiagramm im Bereich von 650 bis 1050℃” (G. Salje および M. Feller-Kniepmeier ; Z. Metallkde, 69 (1978) pp.167~169) によれば、Cu 固溶温度は近似的に下記式 2

$$T_s (^\circ\text{C}) = 3351 / (3.279 - \log_{10} [\% \text{Cu}]) - 273 \quad \dots\dots\dots (式 2)$$

により求められる。したがって、上記熱延板焼鈍において $T_s + \text{約 } 10^\circ\text{C}$ 以上に加熱した後、 T_s から 400℃までの間を約 5℃/s 以上で冷却すればよい。ここで [%Cu] は質量%で表された、鋼中の Cu 含有量である。

なお、冷却速度は当該温度区間内の平均冷却速度を指す。

上記の条件で焼鈍処理を行うのであれば、熱延における巻取り温度は特に問わない。無論、巻取り温度を約 600℃以下、望ましくは約 550℃以下とした上で上記の焼鈍処理を併用することもできる。

上記焼鈍処理は、熱延板焼鈍で行う方がコスト上は一般に有利である。なお、熱延板焼鈍を上記条件で施した後、さらに中間焼鈍の条件を上記熱延板焼鈍と同様の条件として粗大な Cu 析出物の固溶を確実にしてもよい。

冷間圧延、温間圧延などにより、製品板厚に仕上げられた鋼板に対して、その後、仕上げ焼鈍を施す。さらに、仕上げ焼鈍後、必要に応じて絶縁被膜の塗布および乾燥・焼き付け処理を行う。

なお、必要に応じて脱炭焼鈍、浸珪などの、成分調整処理を、例えば仕上げ焼鈍の前などに施しても良い。

上記の仕上げ焼鈍は、Cu を固溶させるため、焼鈍温度を {Cu 固溶温度+約 10℃} 以上とする。焼鈍温度が (Cu 固溶温度+約 10℃) 未満であるとき、焼鈍前から存在する粗大な Cu 析出物や仕上げ焼鈍の過程で析出した Cu 析出物が製品中に残留するため鉄損が劣化する。また、その後の時効焼鈍において、固溶 Cu が前記粗大 Cu 析出物の成長に消費され、また固溶 Cu 量自体も不十分となるので、時効硬化による高強度が得られない。

実際の Cu 固溶温度に代えて、例えば前述のように下記近似式 2 により求められる Ts を用いることもできる。

$$T_s (^{\circ}\text{C}) = 3351 / \{3.279 - \log_{10} [\% \text{Cu}] \} - 273 \quad \dots\dots\dots (\text{式 } 2)$$

Cu のみ含有し Ni を含有しない場合、具体的には Ni 含有量が 0.5%未満 (0 を含む) の鋼板の場合、仕上げ焼鈍の冷却過程において、Cu の析出を抑制するために Cu 固溶温度 (または Ts) から 400℃までの間を約 10℃/s 以上の速度で冷却する。なお、焼鈍温度あるいは 900℃ (いずれか低い方) から 400℃の温度域においても約 10℃/s 以上の冷却速度とすることが好ましい。

前記冷却速度が約 10℃/s 未満の場合、やはり Cu が粗大に析出し、鉄損が劣化する上、その後の時効焼鈍によっても十分な強度上昇が得られない。また、Cu の再析出により降伏強度が高くなり、打ち抜き性が劣化する。

一方、Cu とともに Ni を 0.5%以上含有した場合、上記温度域における冷却速度は約

1℃/s 以上であれば冷却中の粗大な析出が抑制出来、その後の時効処理によって鉄損の大幅な劣化を伴うことなく十分な強度上昇が得られる。また、時効処理前の強度は低く維持できるので、打ち抜き性も良好である。つまり、Cu と Ni を複合添加して時効処理を行う場合には、Ni を添加しない場合と比較して、より多様な仕上げ焼鈍条件で安定した特性を得ることができる。

したがって、Ni を 0.5% 以上含有する鋼組成においては、仕上げ焼鈍の冷却過程において、Cu 固溶温度（または Ts）から 400℃ までの温度域の冷却速度を約 1℃/s 以上に制限する。なお、焼鈍温度あるいは 900℃（低い方）から 400℃ の温度域においても約 1℃/s 以上の冷却速度とすることが好ましい。

なお、本発明においては、仕上げ焼鈍後の鋼組織が実質的にフェライト単相であることが望ましい。冷却中に一部組織にマルテンサイト変態等を生じると、結晶組織の微細化や、変態時の歪みの残留により、磁気特性が劣化する。これらの悪影響は、続く時効熱処理によっても完全に払拭することは困難である。

鋼組織をフェライト単相とするためには、上記の Cu 固溶温度（または Ts）から 400℃ までの温度域の冷却において、過剰な急冷を回避することが好ましい。具体的な冷却速度は鋼の組成にもよるが、一般的には約 50℃/s 以下とすることが好ましい。なお、より好ましい冷却速度は 30℃/s 未満である。

なお、以上に述べた冷却速度は、上記温度範囲における平均冷却速度を指す。

なお、上記の仕上げ焼鈍は、圧延による歪を除去するとともに、必要な鉄損特性を得るため再結晶により適切な結晶粒径を得ることを本来の目的とする。適正な結晶粒径は既に述べたように、一般に約 20～約 200 μm であり、そのためには仕上げ焼鈍の温度は約 650℃ 以上、好ましくは約 700℃ 以上とすることが好ましい。一方、焼鈍温度が約 1150℃ を超えると、粗大粒となり粒界割れを起こしやすくなり、また鋼板表面の酸化・窒化に伴う鉄損劣化が大きくなるので、その上限は約 1150℃ とすることが望ましい。

仕上げ焼鈍における、上記加熱温度における保持時間は、1～300s とすることが好ましい。

以上の条件を満足して製造された鋼板は、〔時効硬化処理前の鋼板の組織、特性値〕の項で述べた特徴を有する、固溶 Cu を十分有し、粗大な Cu 析出物が少ない鋼板となる。

そして、好ましくは、少なくとも 500℃で 10 h の時効硬化処理により、前述の CYS (式 1) または CTS (式 2) の値以上の強度が得られ、鉄損の低下も少ない鋼板を得ることができる。

本発明の鋼板はこの状態では降伏強度が低く（主として Si 含有量に依存し、0.3%Si の場合でほぼ 200MPa、3.5%Si の場合約 450MPa）であり、打ち抜き性が優れている。

上記の鋼板には、その後、時効処理を施す。この時効処理の実施時期は、絶縁被膜の塗布焼付け前、焼付け後、プレス打ち抜きなどの加工後、などのいずれのタイミングで実施してもよい。無論、打ち抜き性の観点からは、時効前の状態で出荷し、ユーザーにて打ち抜き加工後、時効処理を施すことが好ましいが、出荷前のいずれかの時点で時効処理を行い、高強度かつ低鉄損の鋼板として出荷してもよい。

本発明に係る無方向性電磁鋼板を用いてロータを組み立てるに当たっては、例えば、無方向性電磁鋼板からロータ用積層材を打ち抜いた後、直ちに、又はロータを組み立てた後に、時効処理を行う工程を付加するとよい。

時効処理においては、上記で指標に用いた 500℃・10 時間の処理条件に限定せずとも、下記の条件範囲内であれば、前記の好適な微細 Cu 析出物の分布（平均粒子サイズおよび体積率）を得ることができ、また、鉄損を大きく劣化させることなく時効後に CYS (式 1) あるいは CTS (式 2) 以上の強度を得ることができる。

時効処理は、約 400℃以上約 650℃以下の温度で行う。すなわち、400℃未満の場合には、微細 Cu の析出が不十分となり、高強度が得られない。一方、650℃を超えると Cu 析出物が粗大化するため、鉄損が劣化し強度上昇量も減少する。より好適な温度範囲は、約 450℃以上、約 600℃以下である。なお、適切な時効時間は処理温度にも依存するが、約 20s 以上約 1000 h 以下、好ましくは約 10min～約 1000 h が好適である。

〔実施例〕

実施例 1

表 1 に示す成分組成を有し、残部鉄および不可避免の不純物からなる鋼を転炉で溶製し、連続鋳造によりスラブとした。次いで、このスラブを、熱間圧延により板厚 2.2mm の熱延板とし、500℃で巻き取った。

この熱延板を、冷間圧延により最終板厚 0.5mm の冷延板としたのち、表 1 に示す焼鈍条件にて仕上げ焼鈍した。その際、式 2 で算出される T_s から 400℃までの平均冷却速度は 20℃/s とした。なお、900℃（鋼 No. 8、10 においては焼鈍温度）から 400℃の領域における冷却速度も、ほぼ同じであった。

その後、絶縁被膜を被成した。なお、得られた鋼板の組成は表 1 に示すスラブ組成と同じであった。

上記鋼板（時効前）の平均結晶粒径 d を測定するとともに、鉄損 $W_{15/50}$ (1)、打ち抜き性、降伏応力 YS (1) を評価した。

ついで、該鋼板に 500℃にて 10 h の時効処理を施したのち、時効処理後の特性を、鉄損 $W_{15/50}$ (2) および降伏応力 YS (2) により評価した。さらに、鋼板から採取した試料の走査透過型電子顕微鏡観察から Cu 析出物の析出量（体積率）とその平均粒子サイズを評価した。

なお、平均結晶粒径 d は、前述のように、鋼板断面の光学顕微鏡観察により円相当径として求めた。また、鉄損は、圧延方向及び圧延直角方向より同数の試験片を採取し、エプスタイン試験法により、JIS C 2550 に従って測定した。また、打ち抜き性は鋼板からリング試料（外径 20mm×外径 30mm）を打ち抜くときのかえり高さが 30 μ m となる打ち抜き回数によって測定した。降伏強度は鋼板の圧延方向とその直角方向について引張試験（クロスヘッドスピード：10mm/分）にて測定し、その値を平均して求めた。

また、Cu 析出物の評価は、走査透過型電子顕微鏡観察により、次のように行った。まず、電子顕微鏡観察用の試料は、鋼板の厚み中心部より圧延面に平行な平板として採取し、過酸素酸－メタノール系の電解液を用いた電解研磨により薄膜化した後、試料表面の清浄化のため、アルゴンイオンによるスパッタリングを 5 分間施して準備した。観察は、1 nm 径以下の電子線を観察視野中で走査する走査透過モードで行い、析出物が認識しやすい暗視野を 3 視野ずつ取得した。なお、観察領域が薄すぎると析出粒子の脱落速度が高まり、厚すぎると走査透過電子顕微鏡像中の析出物粒子の認識

が困難となるため、観察領域の試料厚みが 30～60 nm の範囲となるようにした。ここで、試料厚みは電子エネルギー損失スペクトルから見積もった。こうして得られた、400 nm × 400 nm の暗視野像全てについて、画像処理により Cu 析出物の粒子認識を行い、観察対象体積中の全析出物体積から体積分率で析出量を算出するとともに、認識した粒子数で全析出物体積を除した平均析出物体積から、析出物の球相当径を求め、平均粒子サイズとした。

これらの評価結果を表 2 に示す。

表 1

No	成分組成 (mass%)								Ts (°C)	仕上 焼鈍 温度 (°C)	備考
	C	Si	Mn	Al	P	Ni	Cu	その他			
1	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	0.1	—	510	1000	比較例
2	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	0.2	—	569	1000	発明例
3	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	0.5	—	663	1000	発明例
4	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	1.5	—	807	1000	発明例
5	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	2.0	—	852	1000	発明例
6	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	3.0	—	923	1000	発明例
7	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.01	4.2	—	989	1000	比較例
8	0.002	0.1	0.10	0.001	0.02	0.01	1.5	—	807	820	発明例
9	0.002	4.5	0.10	0.20	0.02	0.01	1.5	—	807	1000	発明例
10	0.002	0.1	0.10	0.001	0.02	0.01	0.01	—	362	820	比較例
11	0.002	4.5	0.10	0.20	0.02	0.01	0.01	—	362	1000	比較例
12	0.002	2.5	3.0	0.20	0.02	0.01	1.5	—	807	1000	発明例
13	0.002	2.5	0.10	3.0	0.02	0.01	1.5	—	807	1000	発明例
14	0.002	2.5	0.10	0.20	0.50	0.01	1.5	—	807	1000	発明例
15	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	5.0	1.5	—	807	900	発明例
16	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Zr: 1	807	1000	発明例
17	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	V: 1	807	1000	発明例
18	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Sb: 0.05	807	1000	発明例
19	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Sn: 0.05	807	1000	発明例
20	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Ge: 0.05	807	1000	発明例
21	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	B: 0.005	807	1000	発明例
22	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Ca: 0.005	807	1000	発明例
23	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Ce: 0.005	807	1000	発明例
24	0.002	2.5	0.10	0.20	0.02	0.002	1.5	Co: 0.5	807	1000	発明例
25	0.003	2.2	0.10	0.35	0.02	0.01	0.6	Zr: 0.12 V: 0.12 Ca: 0.002	684	1000	発明例
26	0.002	2.2	0.10	0.35	0.02	0.01	0.6	Sb: 0.02 Sn: 0.03 B: 0.001	684	1000	発明例
27	0.002	2.2	0.10	0.35	0.02	0.01	0.6	Ge: 0.005 Ce: 0.005 Co: 0.25	684	1000	発明例

表 2

No	結晶 粒径 d (mm)	打ち 抜き 回数 (万回)	時効前 鋼板特性		CYS (MPa)	時効後 鋼板特性		変化量		Cu 析出状態		備考
			YS (1) (Mpa)	$W_{15/50}$ (1) (W/kg)		YS (2) (Mpa)	$W_{15/50}$ (2) (W/kg)	Δ YS (2) -(1)	Δ W (2) -(1)	体積率 (vol%)	サイズ* (nm)	
1	0.10	83	385	2.7	520	420	2.7	35	0.0	0.02	9	比較例
2	0.10	81	365	2.5	520	520	2.6	155	0.1	0.20	6	発明例
3	0.10	89	370	2.5	520	612	2.7	242	0.2	0.41	6	発明例
4	0.10	92	370	2.5	520	620	2.7	250	0.2	1.20	15	発明例
5	0.10	86	374	2.4	520	608	2.6	234	0.2	1.34	18	発明例
6	0.10	80	370	2.3	520	522	2.6	152	0.3	1.40	20	発明例
7	0.10	65	412	3.8	520	440	4.5	28	0.7	2.40	50	比較例
8	0.03	108	215	5.9	342	427	6.1	212	0.2	0.26	5	発明例
9	0.10	65	550	2.0	710	850	2.2	300	0.2	1.34	18	発明例
10	0.03	103	206	6.0	342	225	6.1	19	0.1	0.00	-	比較例
11	0.10	28	610	2.2	710	612	2.2	2	0.0	0.00	-	比較例
12	0.10	72	520	2.3	665	670	2.8	150	0.5	1.20	12	発明例
13	0.10	69	470	2.0	623	670	2.3	200	0.3	1.10	12	発明例
14	0.10	65	565	2.4	728	780	2.7	215	0.3	1.25	15	発明例
15	0.10	85	495	2.2	644	680	2.6	185	0.4	0.90	7	発明例
16	0.10	73	468	2.3	520	620	2.5	152	0.2	1.00	18	発明例
17	0.10	69	450	2.3	520	615	2.5	165	0.2	1.10	15	発明例
18	0.10	91	377	2.4	520	618	2.4	241	0.0	0.90	8	発明例
19	0.10	93	360	2.4	520	621	2.5	261	0.1	0.85	7	発明例
20	0.10	85	360	2.3	520	612	2.6	252	0.3	1.20	10	発明例
21	0.10	80	365	2.5	520	615	2.6	250	0.1	0.80	7	発明例
22	0.10	93	354	2.5	520	613	2.6	259	0.1	1.20	8	発明例
23	0.10	85	370	2.5	520	605	2.6	235	0.1	1.40	9	発明例
24	0.10	78	409	2.3	520	607	2.5	198	0.2	1.20	12	発明例
25	0.10	98	355	3.1	520	570	3.3	215	0.2	0.60	8	発明例
26	0.10	95	350	3.0	520	530	3.2	180	0.2	0.50	7	発明例
27	0.10	82	362	3.1	520	555	3.4	193	0.3	0.65	8	発明例

表 1 に示すように、成分組成を本発明の範囲内に制御した鋼板は、いずれも時効後において高強度を有し、かつ鉄損に優れたものとなった。これらの発明鋼では、強化因子である Cu 析出物の析出量および平均粒子サイズが発明範囲となっている。さらに、これらの発明鋼では、いずれも時効硬化処理による降伏強度の増加量は 150MPa 以上であり、また鉄損値の劣化量は 0.5W/kg 以下であった。

なお、本発明による鋼板はいずれも、時効後の引張り強さは CTS 以上となった。

これに対し、Cu をほとんど含有しない、低 Si 成分系の従来鋼（比較例：No. 10）および高 Si 成分系の従来鋼（比較例：No. 11）では、良好な鉄損が得られるものの、同等の Si 量の発明鋼に比べて強度が低い。また、Cu を過剰に含有する鋼（比較例：No. 7）は、同量の Si を含有する発明鋼に比べて、時効前から鉄損が悪く、かつ時効後の強度上昇も低かった。

実施例 2

表 3 に示す各鋼を転炉により溶製し、連続鋳造によりスラブとした。なお、いずれのスラブも、残部は鉄及び不可避免の不純物であった。

このスラブを、熱間圧延により板厚 1.8mm の熱延板とし、500℃で巻き取った後、熱延板に 800℃×5 h の熱延板焼鈍を施し、その後、1 回冷延法により板厚 0.35mm の冷延板とした。

さらに、この冷延板に、表 4 に示す条件で仕上げ焼鈍を行い、ついで絶縁被膜を被成し、さらに表 4 に示す時効処理を行った。ここで、冷却速度は、式 2 により算出される T_s から、400℃までの間の平均冷却速度である。

なお、鋼板の組成は、スラブ組成と同じであった。また、仕上げ焼鈍温度から 400℃までの領域における冷却速度も、表 4 に記載された冷却速度とほぼ同じであった。

かくして得られた鋼板について、実施例 1 の場合と同様に、平均結晶粒径 d 、時効処理前後の鉄損 $W_{15/50}$ および降伏応力 YS (MPa)、さらに時効処理後の Cu 析出物の析出量（体積率）と平均粒子サイズを評価した。その評価結果を表 4 に示す。

表 4 に示されるように、鋼組成、仕上げ焼鈍条件および時効処理条件を本発明範囲内に制御したものは、Cu 析出物の析出量および平均粒子サイズが規定の範囲内に制御されており、鋼板（時効後）において優れた鉄損と高強度とを得ることができた。

なお、本発明による鋼板はいずれも、時効後の引張り強さは CTS 以上となった。また、これらの発明鋼では、いずれも時効硬化処理による降伏強度の増加量は 150MPa 以上であり、また鉄損値の劣化量は 0.7W/kg 以下であった。

しかしながら、Cu を添加しない従来鋼 b、d（比較例：No. 10、19）では、優れた

鉄損を得ることはできるが、Cu 析出による高強度は得ることができない。

また、仕上げ焼鈍温度が低すぎる場合（比較例：No. 1、11）は、焼鈍中の Cu の固溶が十分でないため、時効による Cu の析出量が不十分となり、高強度を得ることができない。また、仕上げ焼鈍冷却速度が遅すぎる場合（比較例：No. 4、14）には、Cu 析出物サイズが大きいため、鉄損が劣化するばかりでなく高強度も得ることができない。

さらに、時効温度が低すぎる場合（比較例：No. 5、15）には、Cu 析出量が不十分で高強度が得ることができず、時効温度が高すぎる場合（比較例：No. 9、18）には、Cu 析出物の粗大化が顕著で鉄損が劣化し、高強度も得ることができなかった。

表 3

鋼 記号	成分組成 (mass%)								Ts (°C)	成分 区分
	C	Si	Mn	Al	P	Ni	Cu	その他		
a	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	1.5	—	807	発明範囲内
b	0.003	0.12	0.10	0.20	0.05	0.1	0.02	—	400	発明範囲外
c	0.002	3.2	0.25	0.35	0.01	0.0	2.8	—	910	発明範囲内
d	0.003	3.1	0.26	0.35	0.01	0.1	0.1	—	510	発明範囲外

表 4

No	鋼 記号	Ts (°C)	仕上げ焼鈍		時効処理 温度 (°C)	結晶粒徑 d (mm)	CVS (MPa)	時効後鋼板特性		Cu析出状態		備考
			温度 (°C)	冷却速度 (°C/s)				YS(2) (MPa)	W15/50(2) (W/kg)	体積率 (vol %)	サイズ (nm)	
1	a	807	800	10	500	0.025	384	314	6.7	0.15	15	比較例
2			817	10	500	0.03	372	455	4.9	0.30	7	発明例
3			850	10	500	0.035	362	451	4.8	0.30	5	発明例
4			817	5	500	0.03	372	310	6.5	0.50	25	比較例
5			817	10	350	0.03	372	258	4.9	0.01	3	比較例
6			817	15	400	0.03	372	545	4.8	0.20	3	発明例
7			817	10	400	0.03	372	452	4.8	0.30	5	発明例
8			817	10	650	0.03	372	440	4.8	1.90	18	発明例
9	b	400	817	10	700	0.03	372	261	6.9	1.00	35	比較例
10			817	10	500	0.03	372	225	4.8	0.00	-	比較例
11	c	910	900	10	500	0.055	619	505	4.6	0.15	12	比較例
12			1000	10	500	0.13	586	595	2.6	1.80	13	発明例
13			950	10	500	0.08	603	640	2.6	1.70	12	発明例
14			950	5	500	0.08	603	587	4.9	1.90	25	比較例
15			950	10	350	0.08	603	465	2.5	0.00	-	比較例
16			950	10	400	0.08	603	650	2.6	0.35	5	発明例
17			950	10	650	0.08	603	610	2.9	1.90	17	発明例
18			950	10	700	0.08	603	515	5.2	0.65	30	比較例
19	d	510	950	10	500	0.08	602	470	2.4	0.00	-	比較例

実施例 3

Si : 3 %、Mn : 0.2%およびAl : 0.3%を基本成分として、Cu および Ni 含有量を変化させた鋼スラブを用意した。各スラブの組成は表 5 に示すとおりで、残部は鉄および不可避不純物である。

各スラブに熱間圧延を施して板厚 2.0mm とし、550℃で巻き取った。ついで無焼鈍、または 1000℃で 300s の熱延板焼鈍を施し、少なくとも T_s (式 2 による) から 400℃までの間の平均冷却速度が 20℃/s となるよう冷却した。

その後、酸洗ならびに仕上げ板厚 0.35mm の冷間圧延を行った。さらに、950℃で 30s 均熱保持の仕上げ焼鈍を施したのち、900℃~400℃の温度域での冷却速度を 6℃/s の条件で冷却した。なお、 T_s から 400℃の間の冷却速度もほぼ同じであった。

その後、絶縁被膜を塗布焼付けしてから、時効のために 550℃で 5 h の熱処理を施した。

かくして得られた鋼板について、平均結晶粒径、鉄損特性および機械特性を評価した。なお、鋼板の成分組成は、スラブ段階とほぼ同様であった。鉄損は圧延方向と圧延直角方向の試料を等量用いて、エプスタイン法により評価した。機械的特性は、圧延方向と圧延直角方向とから切り出した試料の平均をもって評価した。各種調査の詳細は実施例 1 と同様である。その結果を、表 5 に示す。

また、従来の、公知の固溶強化、結晶粒微細化強化、析出強化などによって高張力とした電磁鋼板として、以下に示すものも試作した。

すなわち、固溶強化を利用した例として、表 6 に示すように、C : 0.002%、Si : 4.5%、Mn : 0.2%、P : 0.01%、Al : 0.6%、W : 1.0%および Mo : 1.0%を含み、残部が鉄および不可避不純物からなる鋼スラブを熱間圧延し、900℃で 30 s の熱延板焼鈍を行った後、400℃で温間圧延して 0.35mm 厚に仕上げ、950℃×30 s の仕上げ焼鈍を行った。

また、固溶強化および結晶粒微細化を利用した例として、表 6 に示すように、C : 0.005%、Si : 3 %、Mn : 0.2%、P : 0.05%および Ni : 4.5%を含み、残部が鉄および不可避不純物からなる鋼を熱間圧延し、次いで冷間圧延して 0.35mm 厚としたのち、800℃で 30 s の仕上げ焼鈍を行った。

さらに、炭化物による析出強化を利用した例として、表 6 に示すように、C : 0.03%、Si : 3.2%、Mn : 0.2%、P : 0.02%、Al : 0.65%、N : 0.003%、Nb : 0.018% および Zr : 0.022% を含み、残部が鉄および不可避不純物からなる鋼を、熱間圧延後 0.35mm 厚に冷間圧延し、750℃×30 s の仕上げ焼鈍を施した。

なお、いずれの場合も、時効処理は行わなかった。

表 5

No.	鋼記号	鋼組 成 (質量%)										Ts (°C)	結晶 粒徑 (mm)	時効後鋼板特性			CTS (MPa)	TS- CTS (MPa)	備考
		C	Si	Mn	P	S	Al	Cu	Ni	N	W _{15/50} (w/kg)			B ₅₀ (T)	TS (MPa)				
1	A	0.001	3.0	0.15	0.01	0.002	0.31	-	-	0.003	-	0.083	2.45	1.69	501	601	-100	比較例	
2	B	0.002	3.01	0.18	0.02	0.002	0.28	0.24	-	0.002	586	0.070	2.43	1.68	527	617	-90	比較例	
3	C	0.003	3.2	0.21	0.01	0.003	0.28	1.2	-	0.002	774	0.085	3.46	1.68	681	628	53	比較例	
4	D	0.003	3.14	0.2	0.02	0.002	0.32	3.8	-	0.002	968	0.093	5.59	1.64	764	626	138	比較例	
5	E	0.002	3.08	0.19	0.01	0.003	0.28	-	2.5	0.003	-	0.085	2.20	1.70	604	704	-100	比較例	
6	F	0.002	3.06	0.18	0.02	0.002	0.29	0.11	1.0	0.002	518	0.084	2.34	1.69	583	652	-90	比較例	
7	G	0.002	3.08	0.19	0.02	0.001	0.29	0.22	0.6	0.003	578	0.091	2.40	1.70	688	636	52	發明例	
8	H	0.003	3.1	0.18	0.02	0.002	0.29	0.33	2.5	0.002	618	0.094	2.20	1.70	769	712	57	發明例	
9	I	0.002	3.04	0.21	0.01	0.003	0.3	1.1	1.2	0.002	762	0.088	2.43	1.69	837	653	184	發明例	
10	J	0.002	3.06	0.2	0.02	0.002	0.31	1.2	2.6	0.003	774	0.087	2.25	1.69	921	712	210	發明例	
11	K	0.002	3.08	0.21	0.02	0.002	0.28	1.2	3.3	0.003	774	0.083	2.23	1.69	949	739	210	發明例	
12	L	0.003	3.1	0.21	0.02	0.002	0.28	3.0	1.0	0.002	923	0.085	3.33	1.66	1009	660	349	發明例	
13	M	0.003	3.12	0.18	0.02	0.001	0.27	2.6	2.3	0.002	897	0.088	2.96	1.67	1053	708	345	發明例	
14	N	0.003	3.06	0.2	0.02	0.001	0.29	2.8	4.5	0.002	910	0.091	2.80	1.65	1164	784	379	發明例	

表 6

No	鋼記号	鋼組 成 (質量%)										結晶粒徑 (mm)	時効後鋼板特性			CTS (MPa)	TS-CTS (MPa)	備考
		C	Si	Mn	P	S	Al	Cu	Ni	N	他		W _{15/50} (W/kg)	B ₅₀ (T)	TS (MPa)			
15	O	0.002	4.5	0.2	0.01	0.002	0.61	0	0	0.002	W:1.0, Mo:1.0	0.065	3.65	1.60	735	769	-34	従来例
16	P	0.005	3	0.2	0.05	0.003	0	0	4.5	0.002	—	0.041	5.90	1.66	688	819	-131	従来例
17	Q	0.03	3.2	0.2	0.02	0.003	0.65	0	0	0.003	Nb:0.016, Zr:0.017	0.034	7.31	1.66	702	855	-153	従来例

本発明による鋼板 No. 7～14 は、ベース組成を有する比較例である鋼板 No. 1 とほぼ同等の優れた磁気特性を有しつつ、大幅な高強度が得られている。さらに、従来の高強度電磁鋼板である鋼板 No. 15～17 と比較しても、大幅な低鉄損あるいは高磁束密度性を有し、強度－磁気特性バランスに優れている。

なお、本発明による鋼板はいずれも、時効後の降伏応力は CYS 以上となった。また、本発明による鋼板は、Cu 析出物はいずれも体積率で 0.3～1.9%、平均粒子サイズは 1.5～20 nm の範囲内であった。さらに、これらの発明鋼では、いずれも時効硬化処理による降伏強度の増加量は 150MPa 以上であり、また鉄損値の劣化量は 1.0W/kg 以下であった。

実施例 4

表 5 に示した比較鋼 C および発明鋼 J を、熱間圧延により板厚 2.0mm とし、ついで 1000℃で 300s の熱延板焼鈍を施した後、実施例 3 と同様の条件で冷却し、酸洗並びに仕上げ板厚 0.35mm の冷間圧延を行った。さらに、950℃にて 30 s 均熱保持する仕上げ焼鈍を施し、900℃～400℃の温度域での平均冷却速度を表 7 に示す種々の条件に変化させて冷却した。なお、Ts (式 2 による) から 400℃の間の平均冷却速度も、ほぼこれと同じ値であった。

その後、絶縁被膜を塗布焼付けして焼鈍板とした。得られた焼鈍板に時効のため 550℃で 5 h の熱処理を施した。かくして得られた鋼板について、平均結晶粒径、鉄損特性および機械特性を評価した。各種調査の詳細は実施例 1 と同様である。なお、鋼板の成分組成はスラブ段階とほぼ同様であった。

その結果を表 7、そして図 2 および図 3 に示す。

表 7

No.	鋼記号	仕上焼鈍温度 (°C)	保持時間 (s)	冷却速度 (°C/s)	結晶粒径 (mm)	時効温度 (°C)	時効後鋼板特性			CTS (MPa)	TS-CTS (MPa)	備考
							W _{15/50} (W/kg)	B ₅₀ (T)	TS (MPa)			
18	C	950	60	24	0.083	550	2.74	1.68	812	629	184	発明例
19		950	60	15	0.085	550	2.86	1.68	785	628	158	発明例
20		950	60	6	0.081	550	3.46	1.68	657	630	27	比較例
21		950	60	0.5	0.090	550	3.47	1.67	601	626	-26	比較例
22	J	950	60	24	0.094	550	2.25	1.7	970	709	262	発明例
23		950	60	15	0.092	550	2.25	1.69	945	709	236	発明例
24		950	60	6	0.089	550	2.25	1.7	920	711	210	発明例
25		950	60	2	0.085	550	2.39	1.7	896	712	184	発明例
26		950	60	0.5	0.088	550	3.04	1.7	738	711	53	比較例

これらの図および表からわかるように、鋼Cは、10°C/s以上の比較的速い冷却速度の場合（鋼板No. 18および19）には優れた磁気特性と高強度を示すものの、10°C/s以下の条件では鉄損が劣化し、強度も低下する傾向にある。それに対して、Cuとともに適量のNiを添加した発明鋼Jは、鋼板No. 22～25に示すように、幅広い冷却速度条件で安定して優れた磁気特性と高強度を両立することが可能であった。

なお、本発明による鋼板はいずれも、時効後の降伏応力はCYS以上となった。また、本発明による鋼板は、Cu析出物はいずれも体積率で0.6～1.2%、平均粒子サイズは5～15nmの範囲内であった。さらに、これらの発明鋼では、いずれも時効硬化処理による降伏強度の増加量は190MPa以上であり、また鉄損値の劣化量は0.4W/kg以下であった。

実施例5

表8に示す組成を有し、残部が鉄および不可避不純物からなる鋼を、熱間圧延により板厚2.0mmとし、ついで無焼鈍または表9に示す温度で300sの熱延板焼鈍を施した後、実施例3と同様の条件で冷却し、酸洗ならびに所定厚さまでの冷間圧延を行った。

さらに、表9の温度で30s均熱保持の仕上げ焼鈍を施し、900°C～400°Cの温度域での平均冷却速度を6°C/sの条件で冷却した。なお、Ts（式2による）から400°Cの間の平均冷却速度も、ほぼ同じであった。

その後、絶縁被膜を塗布焼付けして焼鈍板とした。得られた焼鈍板に時効のため表 9 に示す温度で 10 h の時効処理を施した。

かくして得られた鋼板について、平均結晶粒径、鉄損特性および機械特性を評価した。その結果を表 9 に併記する。なお、鋼板の成分組成はスラブ段階とほぼ同様であった。表 9 から、いずれの試料もそれぞれの鋼板グレードにおいて、優れた磁気特性と非常に高い強度特性を有していることがわかる。

なお、本発明による鋼板はいずれも、時効後の降伏応力は CYS 以上となった。また、本発明による鋼板は、Cu 析出物はいずれも体積率で 0.2~0.9%、平均粒子サイズは 3~8 nm の範囲内であった。さらに、これらの発明鋼では、いずれも時効硬化処理による降伏強度の増加量は 150MPa 以上であり、また鉄損値の劣化量は 0.4W/kg 以下であった。

表 8

No.	鋼記号	鋼 組 成 (質量%)									備考	
		C	Si	Mn	P	S	Al	Cu	Ni	N		他
26	R	0.003	0.35	0.15	0.15	0.002	0.001	0.55	1.1	0.003		発明例
27	S	0.002	1.50	0.18	0.02	0.002	0.28	1.5	1.0	0.002		発明例
28	T	0.003	4.11	0.21	0.01	0.003	0.28	1.0	1.1	0.002		発明例
29	U	0.003	0.55	0.55	0.04	0.002	0.55	0.8	1.2	0.002		発明例
30	V	0.002	3.08	0.19	0.01	0.003	1.1	0.8	2	0.003	Sb:0.01	発明例
31	W	0.002	3.06	0.18	0.02	0.002	0.98	1.1	2.1	0.002	Sn:0.05	発明例
32	X	0.002	3.08	0.19	0.02	0.001	0.29	1.5	0.6	0.003	B:0.002	発明例
33	Y	0.003	3.10	0.18	0.02	0.002	0.29	0.33	2.5	0.002	Ca:0.003	発明例
34	Z	0.002	3.04	0.21	0.01	0.003	0.3	1.1	1.2	0.002	Co:3.2	発明例
35	e	0.001	3.05	0.15	0.01	0.001	0.31	1.5	1.5	0.001	Zr:0.13 V: 0.13 Ge:0.003 La:0.003	発明例

表 9

No.	熱延板 焼鈍 温度 (°C)	板厚 (mm)	Ts (°C)	仕上 焼鈍 温度 (°C)	冷却 速度 (°C/s)	結晶 粒径 (mm)	時効 温度 (°C)	時 効 後			CTS (MPa)	TS- CTS (MPa)
								W _{15/50} (W/kg)	B ₅₀ (T)	TS (MPa)		
26	—	0.5	674	900	6	0.065	450	4.85	1.76	549	471	78
27	900	0.5	807	900	6	0.063	450	3.64	1.75	749	527	222
28	1050	0.5	749	900	6	0.066	450	2.43	1.64	872	758	115
29	950	0.5	720	1000	6	0.096	450	3.41	1.74	546	474	72
30	1050	0.2	720	1000	6	0.096	500	2.06	1.69	828	739	89
31	1050	0.2	762	1000	6	0.113	500	2.15	1.69	890	730	160
32	1050	0.2	807	1000	6	0.105	500	2.15	1.70	885	631	254
33	1050	0.2	618	1000	6	0.109	500	1.97	1.71	757	707	50
34	1050	0.2	762	1000	6	0.137	500	2.37	1.77	798	638	160
35	1050	0.2	807	1000	6	0.095	500	3.85	1.69	911	656	254

産業上の利用の可能性

本発明によれば、優れた打ち抜き性と鉄損を兼備し、かつ時効処理により強度が大きく上昇する時効硬化性の無方向性電磁鋼板が得られる。

また、本発明によれば、磁気特性に優れ、しかも高い強度を有する電磁鋼板を安定して提供することができる。

これらにより、強度が高くかつ信頼性の高い、高速モータ・磁石埋設型モータ用のロータを、効率よく経済的に製造し得る。

請求の範囲

1. 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3%以下、

Al : 3%以下、

P : 0.5%以下 (0%を含む)、

Ni : 5%以下 (0%を含む) および

Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有し、降伏応力が下記式1で示される CYS (MPa) 以上である無方向性電磁鋼板。

記

$$\begin{aligned} \text{CYS} = & 180 + 5600 [\%C] + 95 [\%Si] + 50 [\%Mn] + 37 [\%Al] \\ & + 435 [\%P] + 25 [\%Ni] + 22 d^{-1/2} \end{aligned} \quad \dots\dots\dots \text{(式1)}$$

ただし、d : 結晶粒の平均粒径 (mm)

2. 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3%以下、

Al : 3%以下、

P : 0.5%以下 (0%を含む)、

Ni : 5%以下 (0%を含む) および

Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有し、結晶粒内のCu析出物が体積率で0.2%以上、2%以下存在し、

かつ、該Cu析出物の平均粒子サイズが1nm以上、20nm以下である無方向性電磁鋼板

3. 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、
Mn : 3%以下、
Al : 3%以下、
P : 0.5%以下 (0%を含む)、
Ni : 5%以下 (0%を含む) および
Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有し、降伏応力が下記式1で示されるCYS (MPa) 以上であり、
かつ、結晶粒内のCu析出物が体積率で0.2%以上、2%以下存在し、
かつ、該Cu析出物の平均粒子サイズが1 nm以上、20 nm以下である無方向性電磁
鋼板

記

$$\begin{aligned} \text{CYS} = & 180 + 5600 [\%C] + 95 [\%Si] + 50 [\%Mn] + 37 [\%Al] \\ & + 435 [\%P] + 25 [\%Ni] + 22 d^{-1/2} \quad \dots\dots\dots (式1) \end{aligned}$$

ただし、d : 結晶粒の平均粒径 (mm)

4. 質量%で、
C : 0.02%以下 (0%を含む)、
Si : 4.5%以下、
Mn : 3%以下、
Al : 3%以下、
P : 0.5%以下 (0%を含む)、
Ni : 5%以下 (0%を含む) および
Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有する無方向性電磁鋼板であって、該鋼板に500℃にて10時間の時効処理を施した後の該鋼板の降伏応力が、下記式1で示されるCYS (MPa) 以上である無方向性電磁鋼板。

記

$$\begin{aligned} \text{CYS} = & 180 + 5600 [\%C] + 95 [\%Si] + 50 [\%Mn] + 37 [\%Al] \\ & + 435 [\%P] + 25 [\%Ni] + 22 d^{-1/2} \quad \dots\dots\dots (1) \end{aligned}$$

ただし、 d : 結晶粒の平均粒径 (mm)

5. 請求項1～4のいずれかにおいて、成分組成として、さらに Zr、V、Sb、Sn、Ge、B、Ca、希土類元素および Co から選んだ1種または2種以上を、

Zr および V についてはそれぞれ 0.1～3 %、

Sb、Sn および Ge についてはそれぞれ 0.002～0.5%、

B、Ca および希土類元素についてはそれぞれ 0.001～0.01%、そして

Co については 0.2～5 %

にて含有する無方向性電磁鋼板。

6. 質量%で、

C : 0.02%以下 (0 %を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3 %以下、

Al : 3 %以下、

P : 0.5%以下 (0 %を含む)、

Ni : 0.5%未満 (0 %を含む) および

Cu : 0.2%以上、4 %以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、

冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いで Cu 固溶温度 + 10℃以上に加熱した後、冷却に際して Cu 固溶温度から 400℃までの温度域での冷却速度を 10℃/s 以上とする仕上げ焼鈍を施し、

その後 400℃以上 650℃以下の温度にて時効処理を施す無方向性電磁鋼板の製造方法。

7. 質量%で、

C : 0.02%以下 (0 %を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3 %以下、

Al : 3 %以下、

P : 0.5%以下 (0%を含む)、

Ni : 0.5%未満 (0%を含む) および

Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、

冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いで、下記式2で示される T_s に対して $T_s + 10^\circ\text{C}$ 以上に加熱した後、冷却に際して T_s から 400°C までの温度域での冷却速度を 10°C/s 以上とする仕上げ焼鈍を施し、

その後 400°C 以上 650°C 以下の温度にて時効処理を施す無方向性電磁鋼板の製造方法。

記

$$T_s (^\circ\text{C}) = 3351 / (3.279 - \log_{10} [\% \text{Cu}]) - 273 \quad \dots\dots\dots (式2)$$

8. 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3%以下、

Al : 3%以下、

P : 0.5%以下 (0%を含む)、

Ni : 0.5%以上、5%以下および

Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、

冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いでCu固溶温度 $+10^\circ\text{C}$ 以上に加熱した後、冷却に際してCu固溶温度から 400°C までの温度域での冷却速度を 1°C/s 以上とする仕上げ焼鈍を施し、

その後 400°C 以上 650°C 以下の温度にて時効処理を施す無方向性電磁鋼板の製造方法。

9. 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3%以下、

Al : 3%以下、

P : 0.5%以下 (0%を含む)、

Ni : 0.5%以上、5%以下および

Cu : 0.2%以上、4%以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、

冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いで、下記式2で示される T_s に対して $T_s + 10^\circ\text{C}$ 以上に加熱した後、冷却に際して T_s から 400°C までの温度域での冷却速度を 1°C/s 以上とする仕上げ焼鈍を施し、

その後 400°C 以上 650°C 以下の温度にて時効処理を施す無方向性電磁鋼板の製造方法。

記

$$T_s (^\circ\text{C}) = 3351 / (3.279 - \log_{10} [\% \text{Cu}]) - 273 \quad \dots\dots\dots (式2)$$

10. 鋼スラブが、さらに Zr、V、Sb、Sn、Ge、B、Ca、希土類元素および Co から選んだ1種または2種以上を、

Zr および V についてはそれぞれ0.1~3%、

Sb、Sn および Ge についてはそれぞれ0.002~0.5%、

B、Ca および希土類元素についてはそれぞれ0.001~0.01%、そして

Co については0.2~5%

にて含有する、請求項6から9のいずれかに記載の無方向性電磁鋼板の製造方法。

11. 質量%で、

C : 0.02%以下 (0%を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3%以下、

Al : 3 %以下、

P : 0.5%以下 (0 %を含む)、

Ni : 0.5%未満 (0 %を含む) および

Cu : 0.2%以上、4 %以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、

冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いでCu固溶温度+10℃以上に加熱した後、冷却に際してCu固溶温度から400℃までの温度域での冷却速度を10℃/s 以上とする仕上げ焼鈍を施す無方向性電磁鋼板の製造方法。

12. 質量%で、

C : 0.02%以下 (0 %を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3 %以下、

Al : 3 %以下、

P : 0.5%以下 (0 %を含む)、

Ni : 0.5%未満 (0 %を含む) および

Cu : 0.2%以上、4 %以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、

冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いで、下記式2で示されるTsに対してTs+10℃以上に加熱した後、冷却に際してTsから400℃までの温度域での冷却速度を10℃/s 以上とする仕上げ焼鈍を施す無方向性電磁鋼板の製造方法。

記

$$Ts (^\circ\text{C}) = 3351 / (3.279 - \log_{10} [\%Cu]) - 273 \quad \dots\dots\dots (式2)$$

13. 質量%で、

C : 0.02%以下 (0 %を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3 %以下、

Al : 3 %以下、

P : 0.5%以下 (0 %を含む)、

Ni : 0.5%以上、5 %以下および

Cu : 0.2%以上、4 %以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、

冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いでCu固溶温度+10℃以上に加熱した後、冷却に際してCu固溶温度から400℃までの温度域での冷却速度を1℃/s以上とする仕上げ焼鈍を施す無方向性電磁鋼板の製造方法。

14. 質量%で、

C : 0.02%以下 (0 %を含む)、

Si : 4.5%以下、

Mn : 3 %以下、

Al : 3 %以下、

P : 0.5%以下 (0 %を含む)、

Ni : 0.5%以上、5 %以下および

Cu : 0.2%以上、4 %以下

を含有する鋼スラブに、熱間圧延を施した後、

冷間圧延あるいは温間圧延を施して最終板厚とし、

次いで、下記式2で示されるTsに対してTs+10℃以上に加熱した後、冷却に際してTsから400℃までの温度域での冷却速度を1℃/s以上とする仕上げ焼鈍を施す無方向性電磁鋼板の製造方法。

記

$$T_s (^\circ\text{C}) = 3351 / (3.279 - \log_{10} [\% \text{Cu}]) - 273 \quad \dots\dots\dots (式2)$$

15. 鋼スラブが、さらにZr、V、Sb、Sn、Ge、B、Ca、希土類元素およびCoから選んだ1種または2種以上を、

Zr および V についてはそれぞれ 0.1～3 %、

Sb、Sn および Ge についてはそれぞれ 0.002～0.5%、

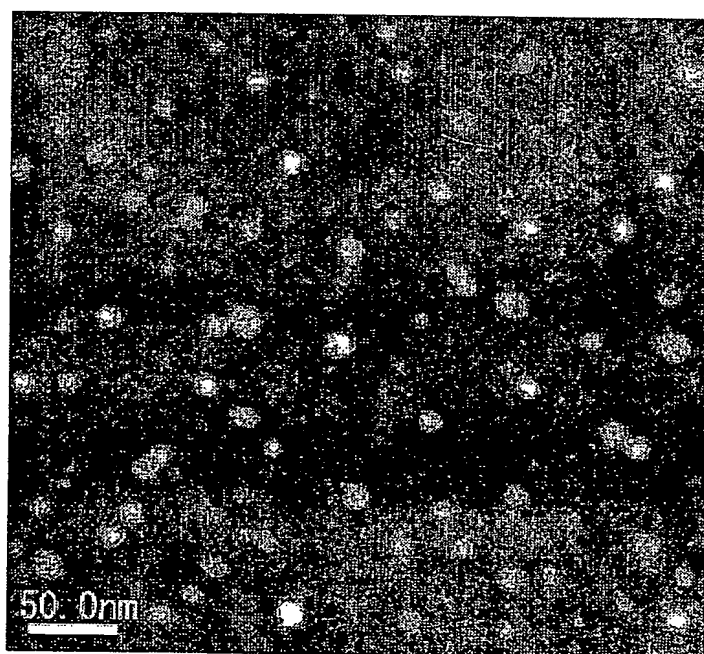
B、Ca および希土類元素についてはそれぞれ 0.001～0.01%、そして

Co については 0.2～5 %

にて含有する、請求項 11 から 14 のいずれかに記載の無方向性電磁鋼板の製造方法。

1 / 2

図 1



50.0nm

2 / 2

図 2

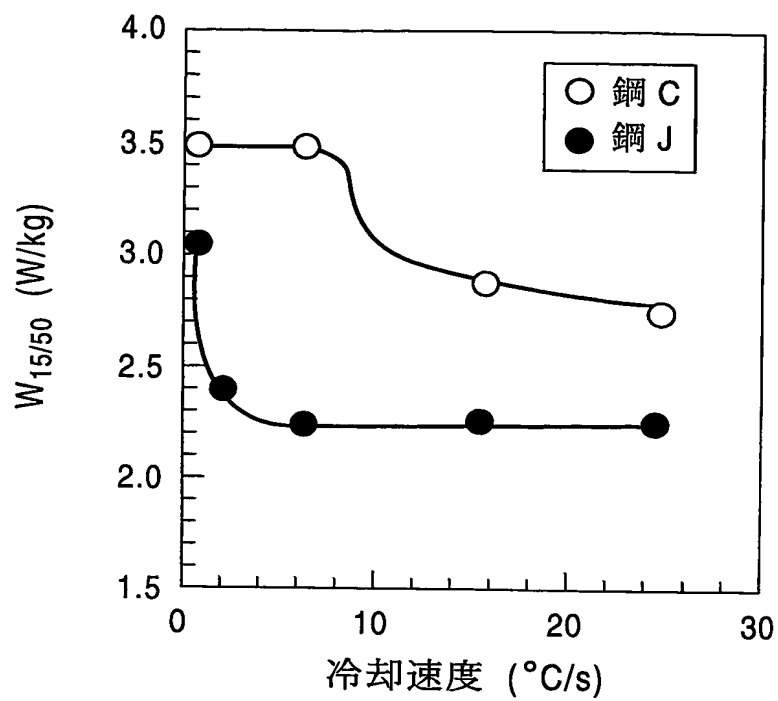
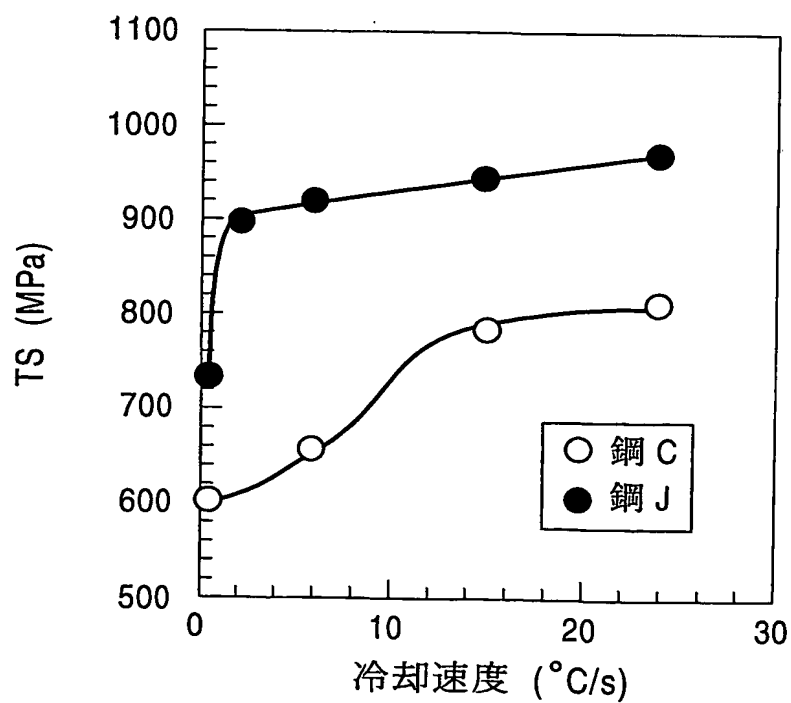


図 3



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/15462

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C22C38/00, /16, /60, C21D8/12, H01F1/16

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C22C38/00-60, C21D9/46-48, H01F1/16-18

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2004	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2001-172752 A (Nippon Steel Corp.), 26 June, 2001 (26.06.01), (Family: none)	1-15
A	JP 4-56109 B2 (Nippon Steel Corp.), 07 September, 1992 (07.09.92), (Family: none)	1-15
A	JP 6-10047 A (Kawasaki Steel Corp.), 18 January, 1994 (18.01.94), (Family: none)	1-15

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
---	--

Date of the actual completion of the international search
08 March, 2004 (08.03.04)

Date of mailing of the international search report
23 March, 2004 (23.03.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C22C 38/00, /16, /60, C21D 8/12, H01F 1/16

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. C22C 38/00-60, C21D 9/46-48, H01F 1/16-18

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2004年
 日本国登録実用新案公報 1994-2004年
 日本国実用新案登録公報 1996-2004年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2001-172752 A (新日本製鐵株式会社) 2001. 06. 26 (ファミリーなし)	1-15
A	JP 4-56109 B2 (新日本製鐵株式会社) 1992. 09. 07 (ファミリーなし)	1-15
A	JP 6-10047 A (川崎製鉄株式会社) 1994. 01. 18 (ファミリーなし)	1-15

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

08. 03. 2004

国際調査報告の発送日

23. 3. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
 郵便番号100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

佐藤 陽一

4 K

9731

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.